

PCT/JP2004/014182

16.11.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 9 月 2 9 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 3 3 8 1 6 0
Application Number:

[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 3 8 1 6 0]

出 願 人 旭化成ケミカルズ株式会社
Applicant(s):

REC'D 09 DEC 2004

WIPO

PCT

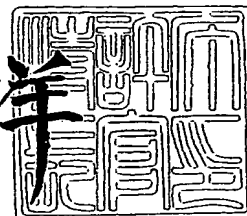
PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 1 0 月 2 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川

洋



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 9 8 0 2 6

【書類名】 特許願
【整理番号】 X1031075
【提出日】 平成15年 9月29日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 B01D 63/02
B01D 63/04
【発明者】
【住所又は居所】 静岡県富士市鮫島 2 番地の 1 旭化成株式会社内
【氏名】 石橋 譲
【特許出願人】
【識別番号】 0000000033
【氏名又は名称】 旭化成株式会社
【代表者】 蛭田 史郎
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 011187
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

複数本の中空糸膜の両端部が接着固定されており、上側の中空糸膜端部の中空部が開口し、下側の中空糸膜端部の中空部が封止され、かつ、下側接着固定部に複数の貫通穴が設けられており、該接着固定部内側表面近傍のハウジングの上部側面に原水および／または洗浄用流体の排出口を有する外圧式の中空糸膜モジュールにおいて、少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち該排出口の近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B/P_A が 0.5 以上 1.1 以下であることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュール。

【請求項 2】

複数本の中空糸膜の両端部が接着固定されており、上側の中空糸膜端部の中空部が開口し、下側の中空糸膜端部の中空部が封止され、かつ、下側接着固定部に複数の貫通穴が設けられているカートリッジ型中空糸膜エレメントが、上部側面に原水および／または洗浄用流体の排出口を有するハウジングに収容され、該中空糸膜エレメントの接着固定部内側表面近傍にハウジングに設けられた排出口が位置するように固定されてなる外圧式中空糸膜モジュールであって、少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち該排出口の近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B/P_A が 0.5 以上 1.1 以下であることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュール。

【請求項 3】

複数本の柱状物を予め中空糸膜束端部内に挿入した状態で接着固定部形成容器に収容した後、接着剤を注入して硬化させ、端面を切断して接着固定部を形成し、該接着固定部内に、長さが接着固定部厚みの 0.3 倍以上 1.0 倍未満の複数本の柱状物を存在させることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュールの製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】外圧式中空糸膜モジュール

【技術分野】

【0001】

本発明は、河川水、湖沼水、地下水、海水、生活排水、または工場排水等の大量の原水について除濁、除菌を行う濾過装置に用いられる外圧式中空糸膜モジュールに関する。

【背景技術】

【0002】

一般に中空糸膜モジュールは、内圧式と外圧式とに大別される。そのうち外圧式中空糸膜モジュールは、通常、長さ200～3000mm、膜外径0.1～5mmの中空糸膜を数百～数万本束ねて筒状のケースに収納し、その両側端部を樹脂でケース内壁に接着固定している。また、その両端部を接着固定するにあたり、一方の接着固定部では中空糸膜端を開口させ、他方の接着固定部は中空部を封止し、この両接着固定部間に挟まれた領域に原水を加圧供給することによって中空糸膜を透過させ、そのろ過水を中空糸端部が開口した接着固定部から取り出すようにしている。さらに、中空糸膜の中空部を封止した接着固定部には複数の貫通口が中空糸膜に対して平行に設けられており、ろ過時の原水供給口として利用したり、物理洗浄工程における空気の供給口や洗浄排水出口として利用される。

【0003】

このような外圧式中空糸膜モジュールを除菌や除濁目的で使用する場合、通常、クロスフローろ過を行って中空糸膜表面への懸濁物質の蓄積を防止したり、定期的に逆洗やエアバブリング等の物理洗浄を行ってろ過性能を回復させ、安定なろ過運転を可能にしている。このような運転を行うために、上側の接着固定部近傍のケース側面に排出口を設け、該モジュールを縦に設置している。ろ過時には、下部の接着固定部に設けられた貫通口から懸濁物質を含んだ原水を供給し、ケース上部側面に設けられた排出口から濃縮水を排出する。また、エアバブリングによる洗浄では、下部の貫通口から空気を供給し、空気・水混合流れにより膜を揺り動かして膜表面に堆積した懸濁物質剥ぎ取り、次いで空気と共に原水を供給してケース上部側面に設けられた排出口から排出する。

【0004】

このようなクロスフローろ過やエアバブリング洗浄時に排出口から排出する時の液流れによって、中空糸膜が該排出口に引き込まれて損傷したり、また、膜が揺動する時に生じる接着固定部内側表面付近への応力集中によって中空糸膜が破断することがある。

また、上記のように物理洗浄によって堆積物を膜表面から剥離させてモジュール外に効率的に排出させるためには、ハウジング内における空間部を確保する必要があり、膜の収容密度を高く設定できない。このためにハウジング内における膜占有率は、通常0.3～0.6に設定される。ここで『ハウジング内における膜占有率』とは、ハウジング内径基準断面面積に対する膜外径基準断面面積の総和の比率である。このような比較的低い収容密度の場合には、膜の接着固定部における膜の分布が不均一になり易く、上記の接着固定部内側表面付近における中空糸膜の破断が起こる傾向が強くなる。

【0005】

上記のような中空糸膜接着固定部付近での膜の損傷・破断を防止する手段としては、接着固定部内側表面付近に整流筒を設置し、接着固定部内側にゴム状弾性を有する高分子材料層を設ける方法が知られている（例えば、特許文献1参照）。また、接着固定部内側に延在する中空糸膜の表面を、該固定部内側表面を形成する接着剤と同一の接着剤で被覆する方法も提案されている（例えば、特許文献2参照）。

しかしながら、特許文献1記載の方法では、上記のような膜の損傷・破断を防止する効果は優れているものの、ゴム状弾性を有する高分子のみで接着固定層を形成した場合、耐圧性が劣り接着固定部が破損することがある。また、耐圧性を確保するには、高強度で高弾性率の材料で接着固定した後にその内側にゴム状弾性体の層を形成させる必要があり、製造が煩雑でコスト高になる欠点を有している。

【0006】

一方、特許文献2記載の方法では、膜の破断防止効果が十分でなく、長期間の運転でのエアバブリングによって膜破断を起こす問題がある。

【特許文献1】特開平9-220446号公報

【特許文献2】特開平10-305218号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、流体の流れに起因して生じる接着固定部内側付近での膜破断を起こすことなく長期間使用することができ、かつ、製造が容易な外圧式中空糸膜モジュールを提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、接着固定部内側近傍領域のうち排出口に近い領域の膜の分布をより均一にすることが、その目的に適合しうることを見だし、この知見に基づいて本発明をなすに至った。

すなわち本発明は、下記のとおりである。

1. 複数本の中空糸膜の両端部が接着固定されており、上側の中空糸膜端部の中空部が開口し、下側の中空糸膜端部の中空部が封止され、かつ、下側接着固定部に複数の貫通穴が設けられており、該接着固定部内側表面近傍のハウジングの上部側面に原水および／または洗浄用流体の排出口を有する外圧式中空糸膜モジュールにおいて、少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち該排出口の近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B/P_A が0.5以上1.1以下であることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュール。

【0009】

2. 複数本の中空糸膜の両端部が接着固定されており、上側の中空糸膜端部の中空部が開口し、下側の中空糸膜端部の中空部が封止され、かつ、下側接着固定部に複数の貫通穴が設けられているカートリッジ型中空糸膜エレメントが、上部側面に原水および／または洗浄用流体の排出口を有するハウジングに収容され、該中空糸膜エレメントの接着固定部内側表面近傍にハウジングに設けられた排出口が位置するように固定されてなる外圧式中空糸膜モジュールであって、少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち該排出口の近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B/P_A が0.5以上1.1以下であることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュール。

【0010】

3. 複数本の柱状物を予め中空糸膜束端部内に挿入した状態で接着固定部形成容器に収容した後、接着剤を注入して硬化させ、端面を切断して接着固定部を形成し、該接着固定部内に、長さが接着固定部厚みの0.3倍以上1.0倍未満の複数本の柱状物を存在させることを特徴とする外圧式中空糸膜モジュールの製造方法。

【発明の効果】

【0011】

本発明の外圧式中空糸膜モジュールは、エアバブリングを含む過酷な物理洗浄を伴う過運転を長期間行っても接着固定部内側付近での膜破断が起こり難く、しかも容易に製造できる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明について、特にその好ましい形態を中心に、具体的に説明する。

本発明の外圧式膜モジュールでは、少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち排出口の近傍領域Aにおける膜占有率 P_A と非近傍領域Bにおける膜占有率 P_B との比 P_B/P_A が0.5以上1.1以下であることが重要である。0.5未満では非近傍領域Bの方が相対的に疎な状態になりすぎ、流体が集中的に流れるようになるため、該領域Bにある膜が損傷・破断する傾向が出てくる。また、一般に排水口近傍では流体流速が大

きくなるが、 PB/PA 比が1.1を超える場合では近傍領域Aの方が相対的に疎な状態になるため流速が著しく大きくなり、該領域Aにある膜が損傷・破断する傾向が出てくる。該 PB/PA 比は、0.6以上1.0以下が好ましく、0.7以上1.0以下がより好ましい。

【0013】

以下、図1および図3の例で詳しく説明する。図1はモジュールを構成するハウジング部分と中空糸膜とが接着固定された一体型モジュールの例であり、該図1中のX-X断面を図2に示す。また、図3はモジュールがハウジング(図4)と中空糸膜エレメント(図5)とで構成されるカートリッジ型モジュールの例であり、該図3中のX-X断面を図6に示す。本発明の『接着固定部内側の膜充填可能領域』とは、モジュール長手方向中央部側の接着固定部表面における膜が充填し得る領域を意味する。即ち、図2においては整流筒で囲まれた領域であり、図6ではカートリッジヘッド内側の領域である。さらに、本発明の『排水口の近傍領域A』とは、該排水口の中心軸と膜充填可能領域外周との交点Z1およびZ2としたとき、排水口に近い側の交点Z1を中心とし、Z1と該膜充填可能領域の中心点Z3との距離を半径として描かれる円内に含まれる膜充填可能領域の部分(図2および図6における網掛け部)を意味している。また、『排水口の非近傍領域B』とは、膜充填可能領域のうち近傍領域A以外の領域を意味している。さらに、本発明の『膜占有率』とは、対象領域の面積Sに対する膜の総断面積Mの割合(百分率)であり、対象領域にある中空糸膜の本数と膜外径から計算された総断面積を対象領域の面積で除して計算する方法やコンピューターを利用した画像解析による方法で求められる。

【0014】

近傍領域Aにおいては、該近傍領域Aを構成するすべての単位領域Cの膜占有率PCが近傍領域Aの膜占有率PAの0.5倍以上であることが好ましい。より好ましくは0.6倍以上であり、さらに好ましくは0.7倍以上である。これは、近傍領域A内には著しく疎な局所的部分がないことを意味している。0.5倍未満の部分があるとその部分に流体の流れが集中し、膜破断を起こし易くなる。ここで『単位領域C』とは、排水口の中心軸と膜充填可能領域との交点Z1を基点として排水口の中心軸との平行線と垂直線から成る2cm間隔の升目で分割された領域を意味している。近傍領域Aの周辺部においては2cm角にならず欠損部が生じるが、その分割部は排水口の中心軸との平行方向に隣接する分割部と合体させ、 4 cm^2 以上 8 cm^2 未満の面積となる最少の合体数の領域を1単位領域とする。なお、排水口の中心軸との平行方向に隣接する分割部のみでは 4 cm^2 以上にならない場合には、それらの分割部に対して中心軸との垂直方向に隣接する分割部のうちの1つ、または、2つと合体させる。この場合、合体させる分割部としては、最も合計面積が 4 cm^2 に近くなる分割部を選択する。具体的に図7の例で説明する。分割部D17は隣接する分割部D16との合体のみでは 4 cm^2 未満であるため、さらにD15と合体させて単位領域C1とする。また、分割部D14は分割部D13と合体させて単位領域C2とし、分割部D11は分割部D12と合体させて単位領域C3とする。さらに、分割部D10は分割部D9と、分割部D6は分割部D7と、分割部D5は分割部D4と、分割部D1は分割部D2と合体させて、各々単位領域C4、C6、C7、C9とする。なお、D8とD3は各々単独で単位領域C5、C8とする。

【0015】

図3に示すようなカートリッジ型モジュールの場合では、中空糸膜エレメントと上部側面に原水および/または洗浄用流体の排出口を有するハウジングとから構成されている。該中空糸膜エレメントは、複数本の中空糸膜の両端部が接着固定されており、上側の中空糸膜端部の中空部が開口し、下側の中空糸膜端部の中空部が封止され、かつ、下側接着固定部に複数の貫通穴が設けられている。そして該中空糸膜エレメントは、該ハウジング内に収容されシール材と固定治具で液密的に固定されている。該中空糸膜エレメントの上側接着固定部内側の膜充填可能領域における膜占有率が均一でなく粗密の分布がある場合には、膜占有率の比較的低い領域が該ハウジングの排出口の反対側に配置されるように該中空糸膜エレメントをセットすることが重要である。このようにセットすることによって排

水口近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B/P_A が0.5以上1.1以下の範囲となるモジュールは、本発明の効果を発揮する。

【0016】

本発明の特徴を有する一体型中空糸膜モジュール、および、本発明の特徴を有するカートリッジ型モジュールを構成する中空糸膜エレメントは、接着固定部における長さが接着固定部厚みの0.3倍以上1.0倍未満である複数本の柱状物を予め中空糸膜束末端部に挿入した状態で接着固定部形成容器に収容した後、接着剤を注入して硬化させて接着固定部を形成することによって容易に製造することができる。該柱状物は、中空糸膜束末端部に挿入することによって該膜束を嵩高くし、その挿入位置を適所に配置することによって中空糸膜の分散状態、即ち膜占有率の分布を制御することを可能にする。該柱状物の挿入数量は、挿入部分の中空糸膜束の断面積（柱状体の断面積を含む）が膜充填可能領域全体の面積の8割以上10割未満になるように設定することが好ましい。またその配置については、複数本の該柱状物を中空糸膜束断面において均等に分布するように挿入して膜充填可能領域全体に該中空糸膜束を広げた状態にすることによって、膜占有率比 P_B/P_A を1.0に近いものを製造することができる。さらに、排水口の近傍の膜充填可能領域に該柱状物を比較的少なく分布するように配置することによって、膜占有率比 P_B/P_A が1.0より小さい値のものを製造することも可能である。

【0017】

該柱状物の接着固定部における長さは、接着固定部厚みの0.3倍以上1.0倍未満であることが必要であり、0.5倍以上0.8倍未満であることが特に好ましい。0.3倍未満では挿入した効果を発揮することが困難になるし、また、1.0倍以上では接着固定層内側に該柱状物が突出した状態になり、流体の流れによって膜と該突出部とが擦れて膜の損傷を引き起こす傾向が出てくる。該柱状物の断面形状は特に限定されるものでなく、円形、楕円形や四角形、六角形等の多角形が例としてあげられる。中空糸膜に接触したときに中空糸膜に損傷を与える恐れのない円形、あるいは楕円形の形状が好ましく用いられる。また、該柱状物の外径は特に限定されないが、3mm～30mmの範囲が好ましく、5mm～20mmの範囲が特に好ましい。該柱状物の材質としては、高分子材料、無機材料、金属材料等特に限定されないが、接着固定層を構成する接着剤と接着力を有し、かつ、該接着剤と同等若しくはそれ以上の引張弾性率を有するものが好ましく用いられる。

【0018】

本発明の製法における接着固定部形成容器としては、一体型モジュールの場合にはハウジングケースそのものと該ハウジングケース端部と液密的に固定される端部容器から構成することができる。接着剤は、該端部容器に接着剤注入口を設けておき、該導入口から注入してもよいし、ハウジングケースに設けられている排出口から直接注入することも可能である。また、カートリッジ型モジュール用の中空糸膜エレメントの場合には、該エレメントを構成するヘッド部材と液密的に固定される端部容器から構成される。また、該ヘッド部材が端部容器部分を一体として形成された容器状を成していてもよい。接着剤は、端部容器部分に接着剤注入口を設けておき、該導入口から注入してもよいし、ヘッド部材の開口端（中空糸膜束が挿入されている部分）から直接注入することもできる。さらに、中空糸膜エレメントの場合には、接着固定部形成容器を硬化後の接着剤との接着力が弱い材質で構成し、かつ、剥離可能な構造としておくことによって、接着剤を硬化させた後に該容器を剥離除去して、接着固定部を接着剤と中空糸膜とのみから構成させることも可能である。

【0019】

本発明の製法において、接着剤の注入・硬化は遠心力を利用した所謂遠心接着法で行ってもよいし、静置下で強制的に接着剤を注入して硬化させる所謂静置接着法で行うこともできる。遠心接着法で行う方が、接着固定部内側表面における中空糸膜外表面の被覆層が均一にでき、膜破断を起こし難いので好ましい。また、遠心接着法の場合には、接着剤が流動化しなくなる程度まで硬化反応が進んだ段階で回転を停止し、次いで、オープン等で加温して実用的な硬化状態まで反応を完了させることが好ましい。

本発明に用いられる中空糸膜としては、逆浸透膜、ナノ濾過膜、限外濾過膜、及び精密濾過膜を用いることができる。

【0020】

中空糸膜の素材は特に限定されず、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアクリロニトリル、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリアミド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ(4-メチルペンテン)、エチレン-ビニルアルコール共重合体、セルロース、酢酸セルロース、ポリフッ化ビニリデン、エチレン-テトラフルオロエチレン共重合体、ポリテトラフルオロエチレン等が挙げられ、また、これらの複合素材も使用できる。

また、中空糸膜の形状としては、好ましくは内径 $50\mu\text{m}$ ~ $3000\mu\text{m}$ 、より好ましくは $500\sim 2000\mu\text{m}$ であり、内/外径比が $0.3\sim 0.8$ のものが好適に使用される。

【0021】

本発明に用いられる接着剤としては、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、エポキシアクリレート樹脂、シリコン樹脂等の高分子材料が好ましい。中でも、ウレタン樹脂は比較的短時間で反応が完結するので特に好ましい。また、これらの接着剤で構成された接着固定層は、使用中に生じる差圧に耐え得る耐圧性を有することが必要であり、そのためには適度な硬さを有していることが望ましい。一方、物理洗浄時等の流体の流れによる中空糸膜の破断をより長期間確実に防止するために、適度な柔らかさを有した接着剤を使用することが望ましい。したがって、使用上必要十分な耐圧性を付与し、かつ、確実に膜破断を防止するためには、使用温度範囲で硬度 $70\text{D}\sim 50\text{A}$ の特性を有する接着剤を使用することが好ましい。なお、ここでいう硬度は、ショア硬度計を実質的に平滑な面を有する試料面に押し当てた時に、10秒後に示した値をいう。この値が 70D を超えると上記の膜破断が起こる場合があり、また、 50A 未満では耐圧性が不足する場合がある。

【0022】

次に、実施例および参考例によって本発明を説明する。なお、膜占有率比は、運転試験の前後で実質的に変わらないことを、事前に確認した。

【実施例】

【0023】

【実施例1】

片端の中空部を閉塞させた内径 0.65mm 外径 1.22mm のPVDF製中空糸膜(旭化成製)6600本を束ね、内径 154mm の整流筒が内側に装着されたヘッド部を有する図1記載のハウジングケースに挿入した。該ヘッド部にはその法線を中心軸とする内径 40mm の排出口を有しており、また、該整流筒は排出口近傍の左右 50mm の部分を除いた領域に240個の $5\text{mm}\phi$ の貫通口を有した円筒状のものである。次いで、中空部を閉塞した側の膜東端部に外径 11mm の円柱棒(予め、下記の接着剤を型に流延して硬化させて成形したもの)32本を均等に分布するように挿入・配置した。この挿入した部分の中空糸膜東断面積(円柱棒の断面積を含む)は、膜充填可能領域である整流筒の断面積に対して95%であった。また、中空部が開口した側の膜東端部には外径 11mm のポリエチレン製円柱棒24本を均等に分布するように挿入・配置した。次いで、接着剤導入用チューブを取り付けた接着カップをハウジングケースの両端部に固定し、遠心接着法により接着剤をハウジングケースのヘッド部内に注入した。該接着剤としては、2液性熱硬化型ウレタン樹脂(サンユレック社製:SA-6330A2/SA-6330B5(商品名))を用いた。接着剤の硬化反応が進行して流動化が停止した時点で遠心機の回転を停止して取り出し、オープン中で 50°C に加熱してキュアした。その後、ハウジングケースの端部を切断して接着前の段階で中空部を閉塞した側の中空部を開口させ、反対側端部のポリエチレン製円柱棒を全て取り外して貫通穴を形成した。

【0024】

次いで、ハウジングナットを用いてキャップを接合した後、中空部が開口した側を上にして該モジュールをろ過装置に取り付け、以下の物理洗浄耐久性試験を行った。

上側接着固定部側から清浄水を $8\text{ m}^3/\text{hr}$ の流量で供給し、同時に下側接着固定部側から空気を $7\text{ m}^3/\text{hr}$ の流量で供給した。供給された両流体は、上側ヘッド部の排出口から排出させた。1ヵ月毎に行うリークテストの時以外は連続的に上記の運転を実施した。なお、運転中は水温を 5°C に保持した。

6ヶ月間の運転後でも膜の破断によるリークは発生しなかった。この運転期間は、実際のろ過運転条件下では10年以上の運転期間に相当する。

【0025】

この試験終了後、該モジュールの上側接着固定部の内側で切断し、膜を竜り取って接着表面を詳細に観察した。該接着固定部の内側表面を写真にとり、A3サイズに拡大して中空糸膜の分布状態を計測したところ、膜占有率比 P_B/P_A が0.9であり、いずれの単位領域Cにおいても、その膜占有率 P_C は近傍領域Aの膜占有率 P_A の0.8倍以上であった。

次いで、上側接着固定部の内側表面から5mmの位置で該接着固定部を切断して平滑な断面を形成し、該切断面の接着剤部分の硬度を測定したところ、 5°C および 40°C でのショア硬度が各々65D、40Dであった。

また、上側接着部固定部の長さ65mmに対して、挿入した円柱棒の該接着固定部における長さは50mmであり、その比は0.77である。

【0026】

[実施例2]

実施例1と同様な中空糸膜6600本を用い、平型ツバ部を有するカートリッジヘッドと、 $11\text{ mm}\phi$ の貫通穴24ヶを有し長さ40mmの突き出し部を有する下部リング、および、外径10mm肉厚1mmのパイプ状SUS製支柱2本とからなる図5に示す中空糸膜エレメントを作製した。該支柱は中空糸膜束内最外周部に配置し、該中空糸膜と二液性熱硬化型ウレタン樹脂（サンユレック社製：SA-6330A2/SA-6330B4（商品名））を用いて接着固定した。なお、該カートリッジヘッドは、端部容器部分を一体として成形したものであり、該端部容器部分に接着剤導入口を有している。接着に際しては、中空部を閉塞した側の膜束端部には特に挿入物を入れない状態でカートリッジヘッド内にセットし、また、中空部が開いた側の膜束端部を下部リング内にセットした後、ポリエチレン製円柱棒24本を下部リングの貫通穴を通して該中空糸膜束内に挿入・固定し、これらを接着用治具に水平に固定した状態で遠心接着を行った。実施例1と同様にして接着剤を硬化・キュアした後、カートリッジヘッドの端部容器部分を切断して中空糸膜端部の中空部を開口させ、下部リングからポリエチレン製円柱棒を抜き取って貫通穴を形成させた。

【0027】

該カートリッジヘッドと下部リングの内径は、各々155mm、144mmであり、カートリッジヘッド部および下部リングにおける接着厚みが、各々65mm、30mmである。また、該カートリッジヘッド側の接着固定部においては、遠心接着時に上になっている部分には中空糸膜が疎な状態で固定されているのが観察された。

実施例1で使用したケースをハウジングとして使用し、該ハウジング内に上記の中空糸膜エレメントを収納して図4に示すような膜モジュールを構成した。該中空糸膜エレメントの収納にあたっては、中空糸膜が比較的疎な状態になっている側をハウジングに付設された排出口とは反対側になるようにセットした。このときの排出口との位置関係をカートリッジヘッドに刻印した。

上記のモジュールをラック装置に取り付け、実施例1と同様にして物理洗浄耐久性試験を行った。

【0028】

6ヶ月間の運転後でも膜の破断によるリークは発生しなかった。この運転期間は、実際のろ過運転条件下では10年以上の運転期間に相当する。

この試験終了後、該中空糸膜エレメントをカートリッジヘッド接着固定部の内側で切断し、膜を竜り取って接着表面を詳細に観察した。該接着固定部の内側表面を写真にとり、

A3サイズに拡大して中空糸膜の分布状態を計測したところ、膜占有率比 P_B/P_A が0.7であり、いずれの単位領域Cにおいても、その膜占有率 P_C は近傍領域Aの膜占有率 P_A の0.7倍以上であった。

次いで、カートリッジヘッド接着固定部の内側表面から5mmの位置で該接着固定部を切断して平滑な断面を形成し、該切断面の接着剤部分の硬度を測定したところ、5℃および40℃でのショア硬度が各々53D、37Dであった。

【0029】

[比較例1]

上側接着固定部の形成時に挿入物を用いなかった他は実施例1と同様にして中空糸膜モジュールを作製した。

該モジュールについて、実施例1と同様にして物理洗浄耐久性試験を実施したところ、1ヶ月目に2本の膜リークが発生し、2ヶ月目では累計20本以上の膜リークが発生した。この時点で試験終了として膜モジュールを解体したところ、いずれのリークにおいても上側接着固定部の内側界面において膜が破断していた。

実施例1と同様にして中空糸膜の分布状態を観察したところ、ハウジングの排出口側において膜が疎な状態になっており、膜が存在しない約 10cm^2 の領域があった。分布状態を計測したところ、膜占有率比 P_B/P_A は2.5であった。

【0030】

[比較例2]

実施例2と同様に作製した中空糸膜エレメントをハウジングに収納するに際して、カートリッジヘッド内の接着固定部において中空糸膜が比較的疎な状態になっている側をハウジングに付設された排出口に最も近くなるようにセットした。このときの排出口との位置関係をカートリッジヘッドに刻印した後、実施例1と同様にして物理洗浄耐久性試験を行った。

試験運転1ヶ月目に1本の膜リークが発生し、3ヶ月目で累計5本、6ヶ月目では累計36本の膜リークが発生した。この時点で試験終了として膜モジュールを解体したところ、いずれのリークにおいても上側接着固定部の内側界面において膜が破断していた。

実施例2と同様にして中空糸膜の分布状態を計測したところ、膜占有率比 P_B/P_A は1.9であった。

【産業上の利用可能性】

【0031】

本発明は、河川水、湖沼水、地下水、海水、生活排水、または工場排水等の原水について除濁、除菌を行う濾過装置に用いられるろ過膜モジュールとして好適である。

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】本発明のハウジング一体型中空糸膜モジュールの一例を示す縦断面図である。

【図2】ハウジング一体型中空糸膜モジュールにおける『膜充填可能領域』の説明図である。

【図3】本発明のカートリッジ型中空糸膜モジュールの一例を示す縦断面図である。

【図4】本発明のカートリッジ型中空糸膜モジュール用ハウジングの一例を示す縦断面図である。

【図5】本発明のカートリッジ型中空糸膜モジュールにおける中空糸膜エレメントの一例を示す縦断面図である。

【図6】カートリッジ型中空糸膜モジュールにおける『膜充填可能領域』の説明図である。

【図7】本発明の『単位領域C』の説明図である。

【符号の説明】

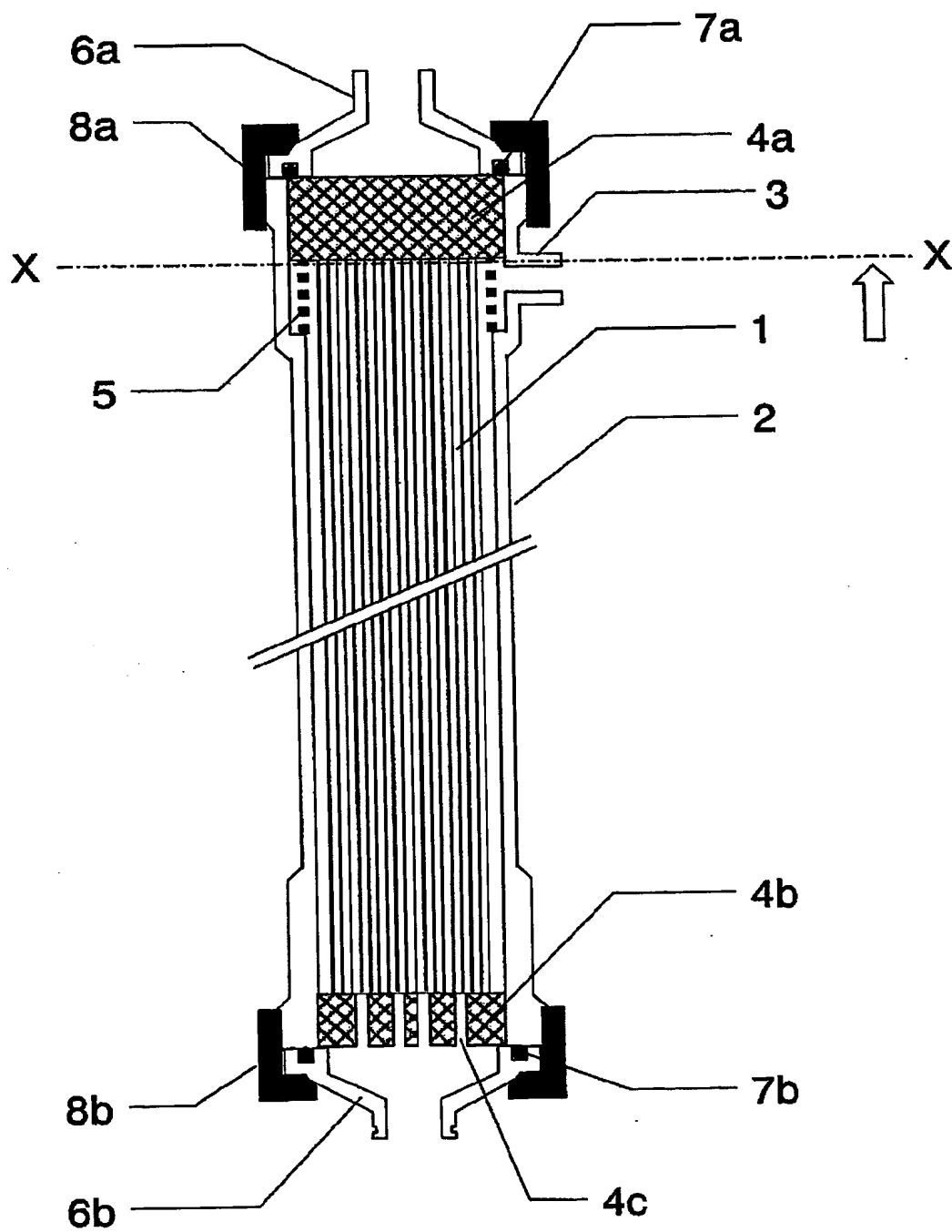
【0033】

1 中空糸膜

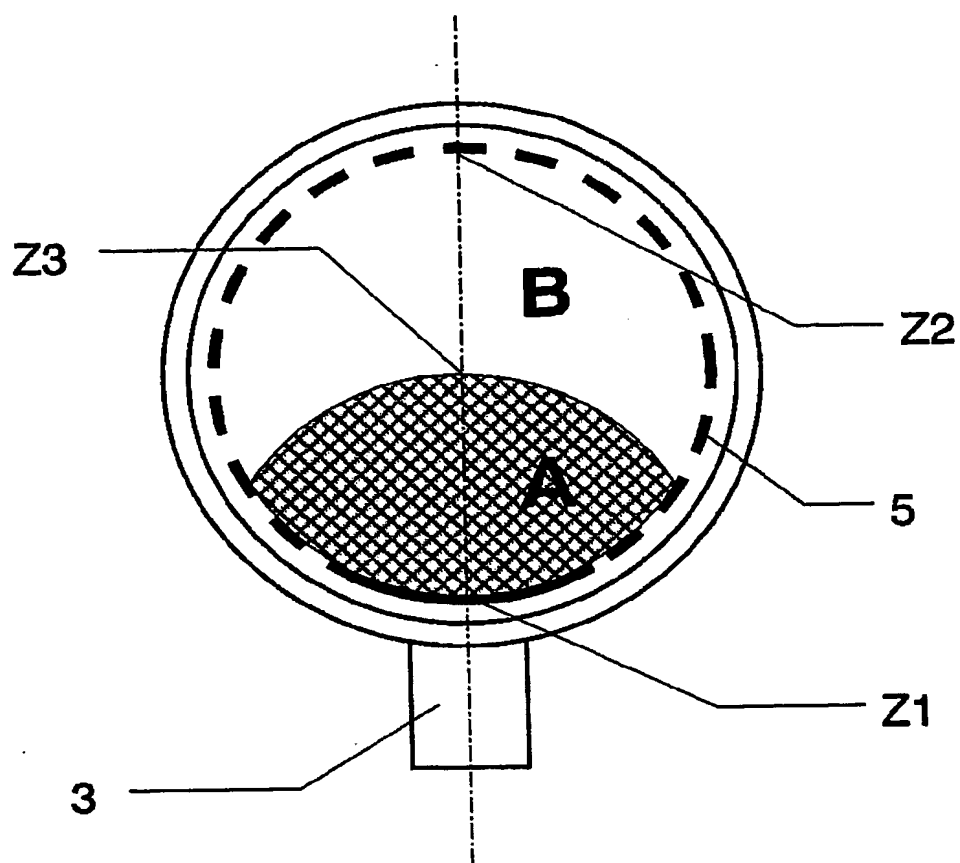
- 2 ハウジング
- 3 排出口
- 4 a 上部接着固定部
- 4 b 下部接着固定部
- 4 c 貫通穴
- 5 整流筒
- 6 a 上部配管接続キャップ
- 6 b 下部配管接続キャップ
- 7 a 上部Ｏリング
- 7 b 下部Ｏリング
- 7 c カートリッジ用Ｏリング
- 8 a 上部ハウジングナット
- 8 b 下部ハウジングナット
- 9 カートリッジヘッド
- 1 0 支柱（パイプ）
- 1 1 下部リング

【書類名】 図面

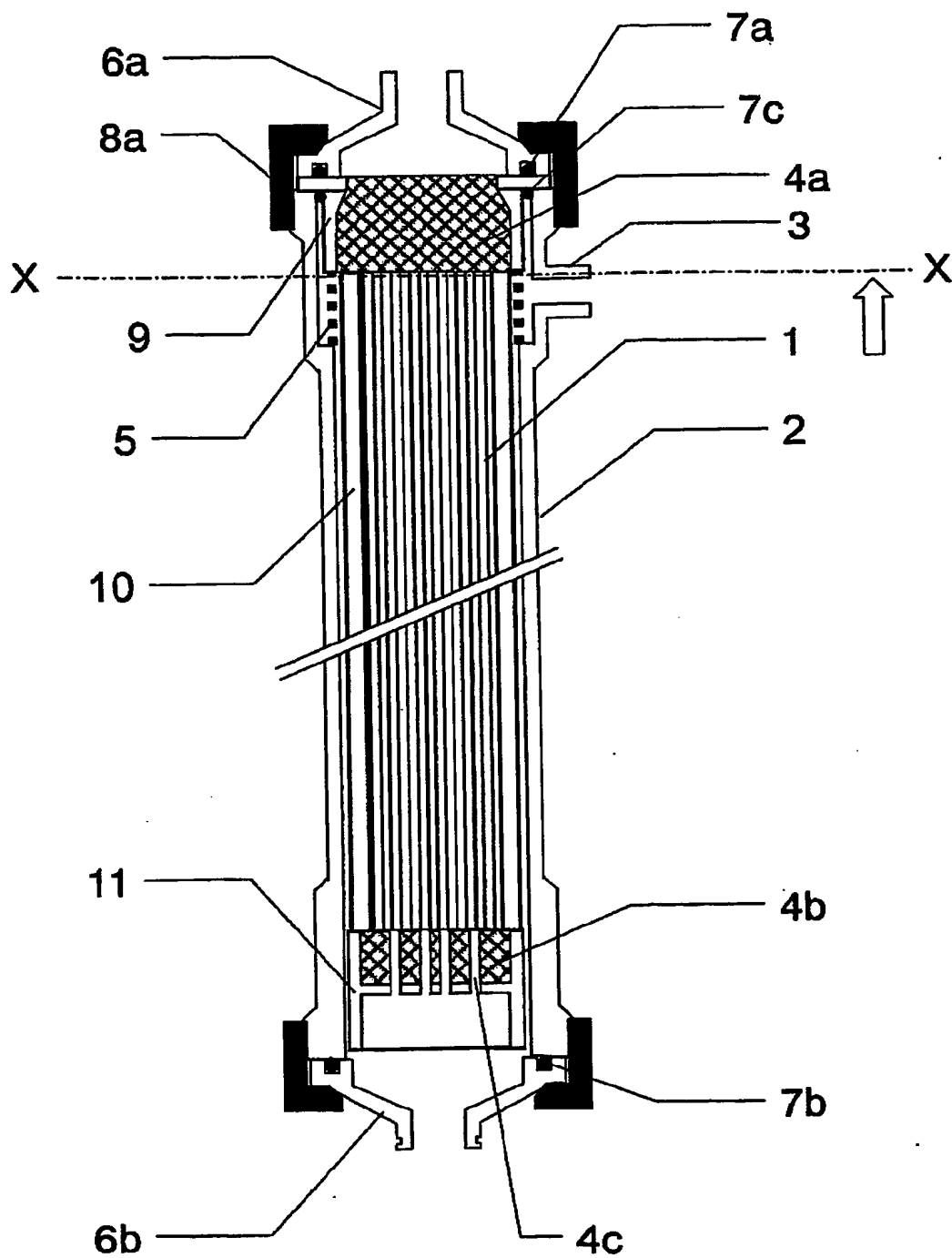
【図 1】



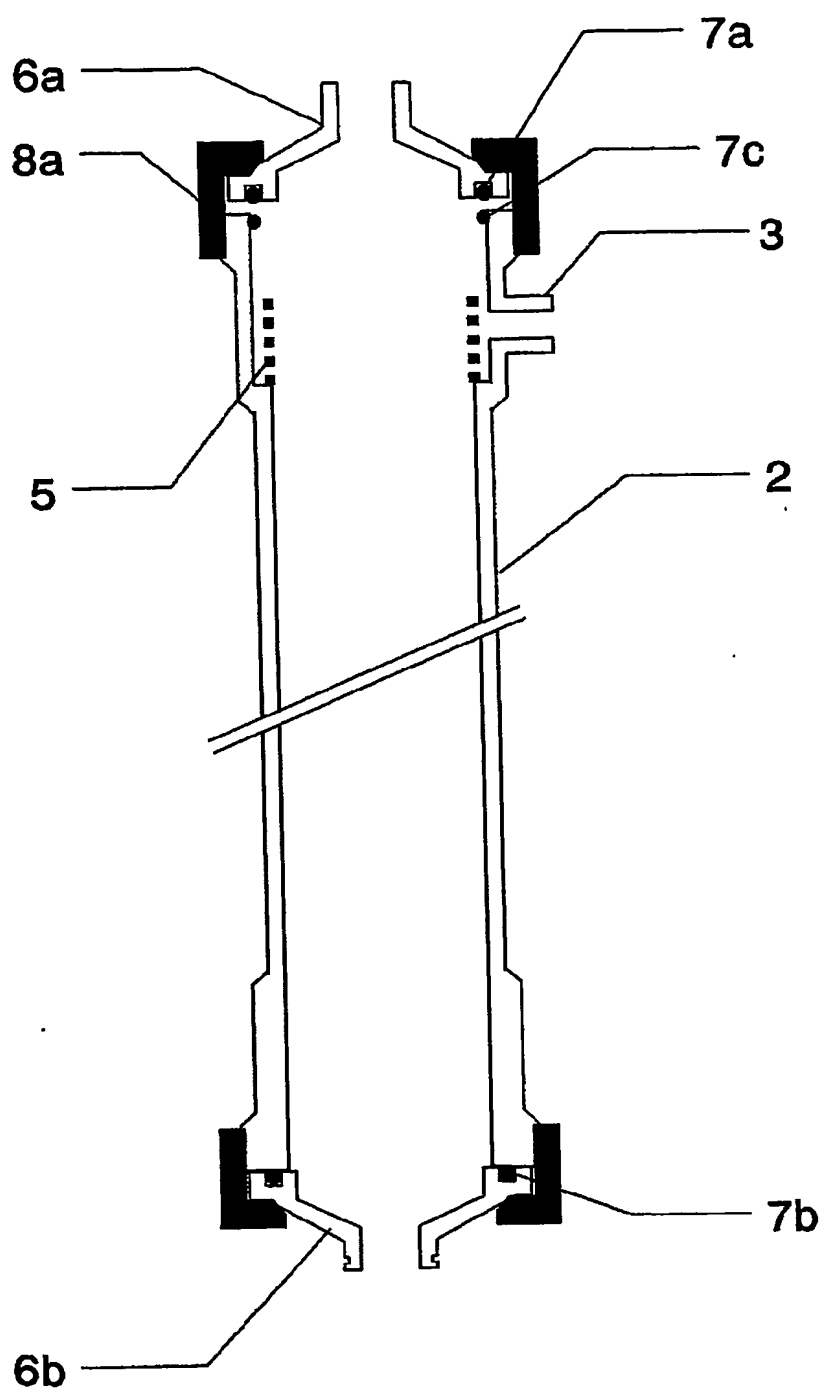
【図 2】



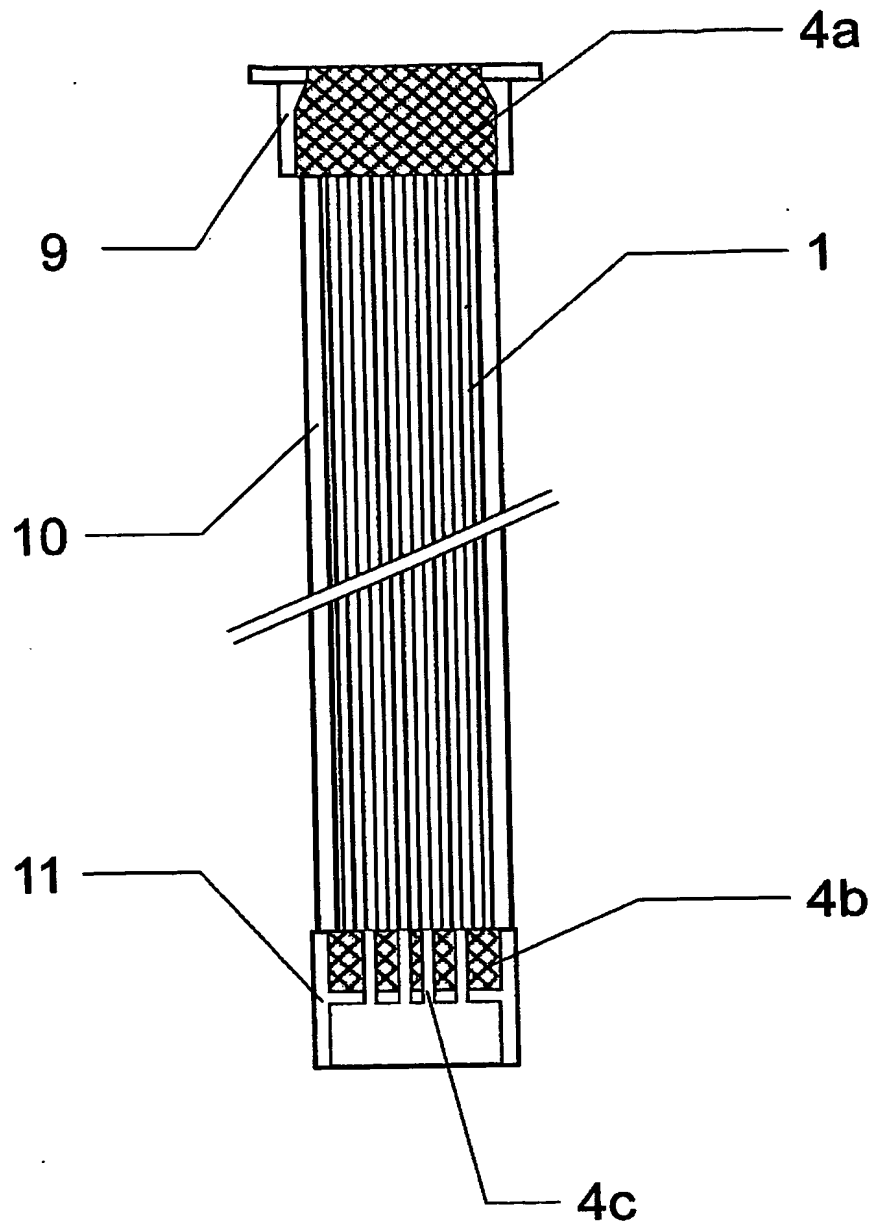
【図 3】



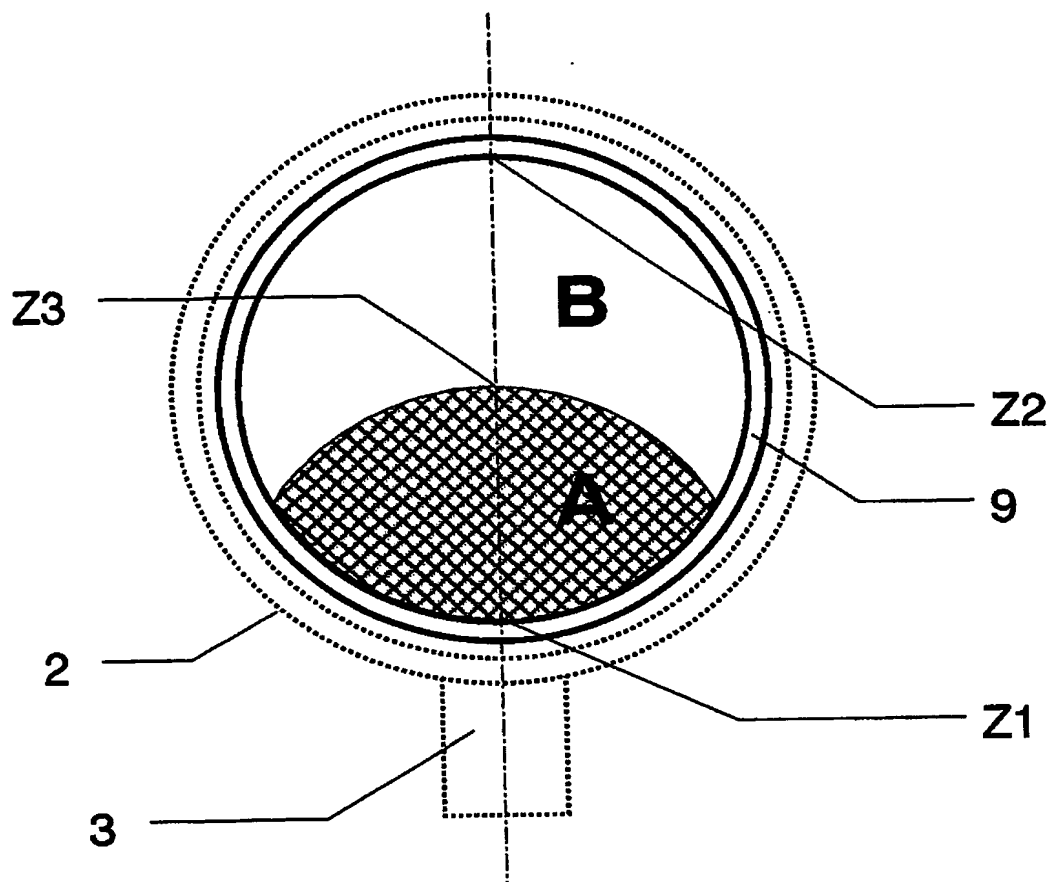
【図 4】



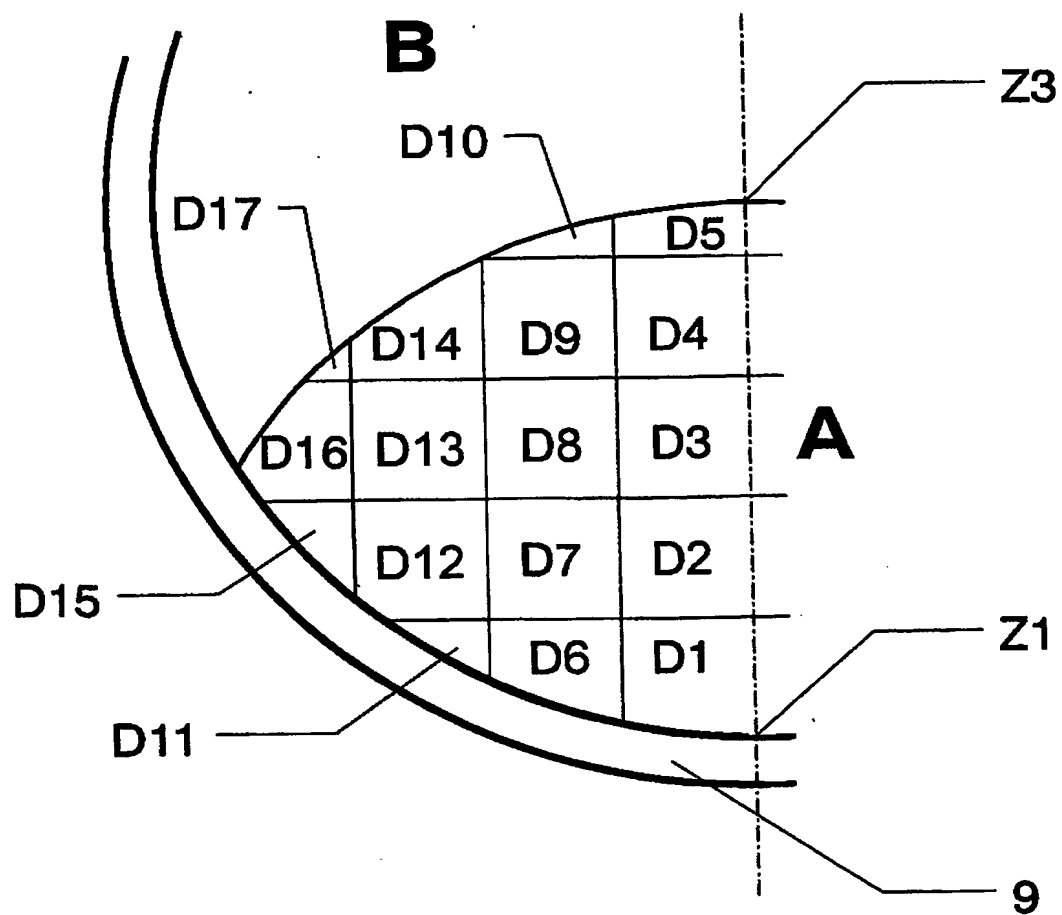
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 流体の流れに起因して生じる接着固定部内側付近での膜破断を起こすことなく長期間使用することができ、かつ、製造が容易な外圧式中空糸膜モジュールを提供する。

【解決手段】 少なくとも上側接着固定部内側の膜充填可能領域のうち、該排出口の近傍領域Aと非近傍領域Bにおける膜占有率比 P_B / P_A が 0.5 以上 1.1 以下である。

【選択図】 図 2

【書類名】	出願人名義変更届（一般承継）
【提出日】	平成15年10月 7日
【あて先】	特許庁長官 殿
【事件の表示】	
【出願番号】	特願2003-338160
【承継人】	
【識別番号】	303046314
【氏名又は名称】	旭化成ケミカルズ株式会社
【代表者】	藤原 健嗣
【提出物件の目録】	
【物件名】	商業登記簿謄本 1
【援用の表示】	平成03年特許願第046654号
【物件名】	承継証明書 1
【援用の表示】	平成03年特許願第046654号

特願 2003-338160

出願人履歴情報

識別番号 [000000033]

1. 変更年月日 2001年 1月 4日

[変更理由]

名称変更

住所

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

氏名

旭化成株式会社

特願 2 0 0 3 - 3 3 8 1 6 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 0 3 0 4 6 3 1 4]

1. 変更年月日

2 0 0 3 年 8 月 2 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区有楽町一丁目 1 番 2 号

氏 名

旭化成ケミカルズ株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.